

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-316498
 (43)Date of publication of application : 02.12.1998

(51)Int.CI.

C30B 29/38
 C30B 29/42
 H01L 21/20
 H01L 33/00

(21)Application number : 10-078333

(22)Date of filing : 11.03.1998

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(72)Inventor : MOTOKI KENSAKU
 MATSUSHIMA MASATO
 AKITA KATSUSHI
 SHIMAZU MITSURU
 TAKEMOTO KIKUROU
 SEKI HISASHI
 KOKETSU AKINORI

(30)Priority

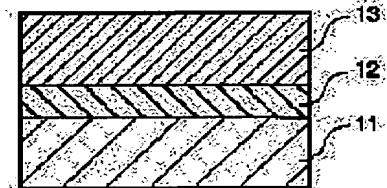
Priority number : 09 82319 Priority date : 14.03.1997 Priority country : JP

(54) EPITAXIAL WAFER AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a high quality GaN epitaxial wafer having electric characteristics sufficient for the production of blue LED by successively forming a plurality of GaN layers having specified thicknesses, respectively, on a substrate comprising a cubic semiconductor (111).

SOLUTION: This epitaxial wafer comprises the first GaN layer 12 having a thickness of ≥ 60 nm, preferably ≤ 200 nm, and formed on a cubic GaAs semiconductor (111) substrate 11 and the second GaN epitaxial layer 13 having a thickness of ≥ 0.1 μm , preferably ≤ 5 μm , and formed on the GaN layer 12. The wafer can be produced by charging the first gas containing a Ga-containing organic metal compound and HCl and the second gas containing NH₃ into a heated reaction tube, growing a buffer layer on a substrate in the reaction tube in the gas phase preferably at a temp. of 400–600°C, raising the temperature of the substrate to improve the crystallinity of the buffer layer, and subsequently further charging the first and second gases into the reaction tube preferably heated at a temp. of 850–1000°C to grow the GaN layer on the buffer layer.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

03.09.2003

*** NOTICES ***

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Cubic semi-conductor (111) Thickness by which the thickness formed on the substrate and said substrate was formed on the 1st GaN layer 60nm or more and the 1st GaN layer Epitaxial wafer characterized by having the 2nd GaN layer 0.1 micrometers or more.

[Claim 2] The epitaxial wafer according to claim 1 with which thickness of said 1st GaN layer is characterized by being below 200 nm.

[Claim 3] The epitaxial wafer according to claim 1 or 2 with which thickness of said 2nd GaN layer is characterized by being 5 micrometers or less.

[Claim 4] Said cubic semi-conductor (111) A substrate is GaAs (111). Epitaxial wafer given in any 1 term of claims 1-3 characterized by being a substrate.

[Claim 5] Said GaAs (111) Epitaxial wafer according to claim 4 with which a substrate is characterized by being an Ath page (111) substrate of GaAs.

[Claim 6] Said GaAs (111) Epitaxial wafer according to claim 1 with which a substrate is characterized by being a Bth page (111) substrate of GaAs.

[Claim 7] The 1st material gas containing the organic metal containing Ga, and HCl, and NH₃ The process which carries out vapor growth of the buffer layer at the 1st temperature on the substrate which supplied the 2nd included material gas within [which was heated from the outside] the reaction, and was installed within the reaction, The process which raises the temperature of the substrate in which the buffer layer was formed, from said 1st temperature, and raises the crystallinity of a buffer layer, The manufacture approach of the epitaxial wafer characterized by having the process which said 1st and 2nd material gas is supplied [process] within [which was heated by the 2nd temperature higher than said 1st temperature] a reaction, and grows up a GaN layer on said buffer layer.

[Claim 8] The 1st material gas containing HCl, and NH₃ The 2nd included material gas is supplied within [which was heated from the outside] a reaction. The process which carries out vapor growth of the buffer layer at the 1st temperature on the substrate which the metal Ga contained in the container arranged at said section of a reaction and HCl contained in the 1st material gas were made to react, was made to generate GaCl, and was installed within [said] the reaction, The process which raises the temperature of said substrate in which the buffer layer was formed, from said 1st temperature, and raises the crystallinity of a buffer layer, The manufacture approach of the epitaxial wafer characterized by having the process which said 1st and 2nd material gas is supplied [process] within [which was heated by the 2nd temperature higher than said 1st temperature] a reaction, and grows up a GaN layer on said buffer layer.

[Claim 9] The approach according to claim 7 or 8 that said 1st temperature is characterized by being below 600 ** more than 400 **.

[Claim 10] Said 2nd temperature Approach given in any 1 term of claims 7-9 characterized by 850-degree-C or more being 1000 degrees C or less.

[Claim 11] It sets at the process which raises the temperature of the substrate in which said buffer layer was formed, from said 1st temperature, and raises the crystallinity of a buffer layer, and is NH₃. Approach given in any 1 term of claims 7-10 characterized by raising the temperature of a substrate, supplying on said substrate.

[Claim 12] An approach given in any 1 term of claims 7-11 to which the growth rate of said GaN layer is characterized by being 4micrometers /or more 10micrometers/o'clock or less o'clock.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]**

[Field of the Invention] This invention, It is related with a group's III-V semiconductor epitaxial wafer and its manufacture approach. It is related more with a detail at the manufacture approach of a GaN system compound semiconductor.

[0002]

[Description of the Prior Art] The sectional view of the blue and green semi-conductor light emitting device (LED) of a GaN system using the silicon on sapphire marketed by drawing 6 now is shown. On the epitaxial wafer with which LED of drawing 6 consisted of silicon on sapphire 1, a GaN buffer layer 2 formed on the substrate 1, and a hexagonal GaN epitaxial layer 3 formed on the GaN buffer layer 2, the laminating of the 1st cladding layer 4, luminous layer 5, 2nd cladding layer 6, and GaN epitaxial layer 7 is carried out to order, and the ohmic electrodes 8 and 9 are arranged at GaN epitaxial layer 3 and 7 top, respectively. In LED of drawing 6, the GaN buffer layer 2 is formed in order to ease distortion by the difference of the lattice constant of silicon on sapphire 1 and the GaN epitaxial layer 3.

[0003] Since LED of drawing 6 uses insulating sapphire for the substrate 1, in case it forms an electrode and produces a component, it needs to form two sorts of electrodes in the same field side of a substrate. For this reason, patterning by the photolithography is required twice or more. Moreover, since it is necessary to etch the nitride by reactive ion etching, a production process becomes complicated. Furthermore, since the degree of hardness was high, sapphire also had the problem of being hard to deal with it in the case of isolation.

[0004] Then, it replaces with the sapphire which has such a fault, and the attempt in which conductive GaAs is used as a substrate is made. For example, at Journal of Crystal Growth164 (1996) 149-153 (following reference 1), it is GaAs (100). Cubic GaN is grown up on a field. however -- general -- GaAs (100) the cubic grown up on the field -- as it is in the transmission electron microscope photograph shown in reference 1, GaN has very many stacking faults and becomes what has bad quality. this -- a cubic -- GaN is hexagonal -- compared with GaN, the unstable thing is considered to be the cause.

[0005] on the other hand -- GaAs (111) more stable on a field -- hexagonal -- the attempt in which GaN is grown up is also made. for example, -- Journal of Electronic Materials vol.24 No.4 (1995) 213-218 (following reference 2) -- MOVPE -- growth of GaN to the Ath page [of GaAs by law] (111) and Bth page (111) top of GaAs is reported. However, it has not resulted in growth with sufficient property for production of blue LED of GaN. this -- the epitaxial layer of the semi-conductor light emitting device on the above-mentioned silicon on sapphire -- MOVPE -- growing up at the growth temperature of 1000 degrees C or more by law -- receiving -- the growth temperature of the GaN epitaxial layer of reference 2 -- the highest 800 degrees C and a low thing are mentioned as a cause. The thing with the low growth temperature of the GaN epitaxial layer of reference 2 is abbreviation when a GaAs substrate is heated. It is for arsenic with high vapor pressure to fall out at 600 degrees C.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] As mentioned above, it is GaAs (111) conventionally. It is substrate temperature in order to avoid damage by the heat of a GaAs substrate, when carrying out epitaxial growth of the hexagonal GaN film to up to a substrate. It was raised only to about 850 degrees C. Consequently, for the hexagonal GaN epitaxial film obtained by the conventional organic metal chloride gaseous-phase epitaxial method, the carrier concentration of GaN of a non dope is 1×10^{19} (cm⁻³). It was high and was not sufficient

electrical property for production of blue LED.

[0007] Then, the purpose of this invention is offering a GaN epitaxial wafer with sufficient electrical property for production of blue LED which solved the trouble of the above-mentioned conventional technique and was formed on the GaAs semi-conductor substrate, and its manufacture approach.

[0008]

[Means for Solving the Problem] If this invention is followed, it is a cubic semi-conductor (111). Thickness by which the thickness formed on the substrate and said substrate was formed on the 1st GaN layer 60nm or more and the 1st GaN layer The epitaxial wafer characterized by having the 2nd GaN layer 0.1 micrometers or more is offered. In the epitaxial wafer of this invention, it is desirable that the thickness of the 1st GaN layer is below 200 nm, and it is desirable that the thickness of the 2nd GaN layer is 5 micrometers or less.

[0009] Moreover, with the epitaxial wafer of this invention, it is a cubic semi-conductor (111). A substrate is GaAs (111). It is desirable that it is a substrate. GaAs (111) The point from which arsenic cannot escape easily when a substrate is an Ath page (111) substrate of GaAs is advantageous, and it is GaAs (111). When a substrate is a Bth page (111) substrate of GaAs, the point which is easy to carry out polish finishing of the front face is desirable.

[0010] The 1st material gas which, on the other hand, contains the organic metal containing Ga, and HCl in this invention, NH₃ The process which carries out vapor growth of the buffer layer at the 1st temperature on the substrate which supplied the 2nd included material gas within [which was heated from the outside] the reaction, and was installed within the reaction, The process which raises the temperature of the substrate in which the buffer layer was formed, from said 1st temperature, and raises the crystallinity of a buffer layer, Said 1st and 2nd material gas is supplied within [which was heated by the 2nd temperature higher than said 1st temperature] a reaction, and the manufacture approach of the epitaxial wafer characterized by having the process which grows up a GaN layer on said buffer layer is offered. It is desirable that it is below 600 ** more than 400 **, and said 1st temperature is said 2nd temperature. It is desirable that it is [850 degrees-C or more] 1000 degrees C or less.

[0011] Moreover, it sets at the process which raises the temperature of the substrate in which the buffer layer was formed, from the 1st temperature, and raises the crystallinity of a buffer layer, and is NH₃. It is also desirable to raise the temperature of a substrate, supplying on said substrate. It is desirable that the growth rate of said GaN layer is 4micrometers/o'clock or more 10micrometers/o'clock or less on the other hand.

[0012]

[Embodiment of the Invention] The epitaxial wafer of this invention is a cubic semi-conductor (111). The thickness formed on the substrate is equipped with the 1st GaN layer 60nm or more. This 1st GaN layer serves as crystallinity, when the amorphous thing formed at the low temperature of 400 - 600 ** carries out a temperature up after that. Therefore, there are many stacking faults and high impurity concentration, such as chlorine, hydrogen, and oxygen, is high. Moreover, this 1st GaN layer sets it as the main purposes to protect a semi-conductor substrate in a subsequent hot membrane formation process. Therefore, it must be made to grow up at the low temperature of 400 - 600 ** which does not hurt its semi-conductor substrate, and it is required to be the thickness of 60nm or more. On the other hand, since this 1st GaN layer is grown up at low temperature, its growth rate is slow. Therefore, even if it is disadvantageous from the point of manufacture effectiveness to form in the thickness more than 200 nm and it forms in the thickness beyond it, the function of semi-conductor substrate protection does not very improve.

[0013] On the other hand, the epitaxial wafer of this invention is the thickness formed on the 1st GaN layer. It has the 2nd GaN layer 0.1 micrometers or more. This 2nd GaN layer is the so-called epitaxial layer, and it is desirable that thickness is 5 micrometers or less. If the thickness of the 2nd GaN layer exceeds 5 micrometers, a crack will arise on the GaN film with stress.

[0014] The 1st material gas which contains the organic metal containing Ga, and HCl by the approach of this invention, and NH₃ The 2nd included material gas is supplied within [which was heated from the outside] a reaction, and vapor growth of the buffer layer is carried out at the 1st low temperature on the substrate installed within the reaction. This buffer layer is not formed as mentioned above for protection of a semi-conductor substrate, and is formed at the low temperature of 400 - 600 ** which does not hurt its semi-conductor substrate. Moreover, this buffer layer becomes a crystalline thing according to a subsequent temperature up process, although it is amorphous immediately after membrane formation. However, as compared with the

epitaxial layer behind formed on this buffer layer, it is distinguishable because there are very many stacking faults. Therefore, if the approach of this invention is followed, the GaAs substrate for which use was difficult is also conventionally usable. In addition, at the temperature up process of a buffer layer, it is NH₃. Supplying on a substrate is desirable. It can prevent a GaN buffer layer evaporating and sublimating into a temperature up by this.

[0015] On the semi-conductor substrate protected by this buffer layer, a GaN layer is shortly formed at the elevated temperature suitable for the epitaxial growth of GaN. 850 or more-degree C this growth temperature and 1000 degrees C or less are desirable. A GaN layer is 0.1 although only thickness required for the component finally produced is grown up. Under by mum, when it is too thin and 5 micrometers is exceeded, there is risk of generating of a crack.

[0016] Moreover, as for the growth rate of the above-mentioned GaN layer, it is desirable that it is 4micrometers/o'clock or more 10micrometers/o'clock or less. When a growth rate is less than 4micrometers/o'clock, a substrate may receive damage by heat and a GaN epitaxial film may exfoliate. Moreover, if a growth rate exceeds o'clock in 10micrometers /, the crystallinity of a GaN epitaxial film will get worse, and GaN with sufficient electrical property for production of blue LED cannot be obtained.

[0017] Furthermore, the 1st material gas which contains HCl in this invention and NH₃ The 2nd included material gas is supplied within [which was heated from the outside] a reaction. The process which carries out vapor growth of the buffer layer at the 1st temperature on the substrate which the metal Ga contained in the container arranged at said section of a reaction and HCl contained in the 1st material gas were made to react, was made to generate GaCl, and was installed within [said] the reaction, The process which raises the temperature of said substrate in which the buffer layer was formed, from said 1st temperature, and raises the crystallinity of a buffer layer, Said 1st and 2nd material gas is supplied within [which was heated by the 2nd temperature higher than said 1st temperature] a reaction, and the manufacture approach of the epitaxial wafer characterized by having the process which grows up a GaN layer on said buffer layer is offered. This approach of this invention is an approach called the so-called hydride gaseous-phase epitaxy (Hydride Vapor Phase Epitaxy;HVPE). In this approach of this invention, it is desirable to hold Metal Ga in a quartz boat and to always be maintained more than 800 **. Moreover, it is desirable to blow the 1st material gas containing HCl into the quartz boat with which Metal Ga was held, and to generate GaCl.

[0018]

[Example]

Example 1 drawing 4 is drawing showing the outline configuration of usable vapor growth equipment to manufacture the epitaxial wafer of this invention by the approach of this invention. The equipment of drawing 4 is equipped with the reaction chamber 54 of a quartz which has the 1st gas inlet 51, 2nd gas inlet 52, and exhaust port 53, and the resistance heating heater 55 for heating the whole inside of a chamber from the exterior of this reaction chamber 54. Moreover, the substrate holder 56 is formed in a reaction chamber 54, and a substrate 57 is carried on it.

[0019] The epitaxial wafer of this invention was produced by the approach of this invention as follows using above equipment. First, the Ath page (111) substrate 57 of GaAs was carried in the substrate holder 56 in a reaction chamber 54. Next, the whole inside of a chamber 54 is heated from the exterior at the resistance heating heater 55, and it is about a substrate 57. In the condition of having held at 450 degrees C, it is a partial pressure about the 1st gas inlet 51 to TMG. 6.4x10-4atm It is a partial pressure about a hydrogen chloride. 6.4x10-4atm It introduces and they are 0.11atm(s) about ammonia gas (NH₃) as a V group raw material from the 2nd gas inlet 52. It introduced. Hydrogen gas was used as carrier gas. On such conditions, membrane formation is performed for 30 minutes, and it is thickness. The 100nm GaN buffer layer was formed.

[0020] next, the temperature of the substrate 57 with which the GaN buffer layer was formed in this way -- NH₃ Partial pressure 0.11atm ** -- the ambient atmosphere to say -- resistance heating heater 55 TMG, HCl, and NH₃ after carrying out a temperature up to 900 degrees C a partial pressure -- respectively -- 2.4x10-3 -- atm, 2.4x10-3atm, and 0.11atm ** -- on the conditions to say, membrane formation was performed for 30 minutes.

[0021] Consequently, the GaN epitaxial layer of the shape of a mirror plane with a thickness of 3 micrometers was formed on the buffer layer. The growth rate was 6micrometers/o'clock. The sectional view of the obtained epitaxial wafer is shown in drawing 1 . The epitaxial wafer of drawing 1 is equipped with the 1st GaN layer 12 with high high impurity concentration, and the 2nd GaN layer 13 by which the laminating was carried out on it

on the Ath page (111) substrate 11 of GaAs. hexagonal as a result of X diffraction measurement -- the peak of GaN is observed and the 2nd GaN layer 13 is hexagonal -- consisting of GaN(s) was checked. When the electrical property was searched for by Hall measurement, they were n mold carrier concentration 1×10^{17} (cm⁻³) and electron mobility 500 (cm²/VS).

[0022] The transmission electron microscope photograph of the cross section of the epitaxial wafer obtained by drawing 2 is shown. A part with much about 1/4 striping is a part which was a buffer layer from under drawing 2, and this striping shows a stacking fault. That is, after epitaxial wafer completion has many stacking faults, and can distinguish easily the part which was a buffer layer. Moreover, the result of the secondary ion mass spectroscopy (SIMS) of the epitaxial wafer obtained by drawing 3 is shown. As for the part which was the buffer layer of the epitaxial wafer of this invention, the high impurity concentration of hydrogen, oxygen, chlorine, etc. is high so that drawing 3 may show. This is because the buffer layer was grown up at low temperature. 5×10^{21} /cm³ and hydrogen become 4×10^{19} /cm³, and, as for high impurity concentration, oxygen may become [chlorine] 1.5×10^{19} /cm³. In the above-mentioned example, although the Ath page (111) substrate of GaAs was used, even when an epitaxial wafer was produced on the same conditions using the Bth page (111) substrate of GaAs, although there was an inclination which film peeling tends [a little] to generate, the GaN layer of an almost equivalent property was obtained.

[0023] The outline configuration of usable hydride gaseous-phase epitaxy equipment is shown in manufacturing the epitaxial wafer of this invention by the approach of this invention to example 2 drawing 5. The equipment of drawing 5 is equipped with the reaction chamber 54 of a quartz which has the 1st gas inlet 51, 2nd gas inlet 52, and exhaust port 53, and the resistance heating heater 55 for heating the whole inside of a chamber from the exterior of this reaction chamber 54. It is arranged so that the material gas with which the quartz boat 58 which contained the metal Ga59 was introduced into the upper part in a reaction chamber 54 from the 1st gas inlet 51 may be blown into a quartz boat 58. Furthermore in a reaction chamber 54, the substrate holder 56 is formed, and a substrate 57 is carried on it.

[0024] In this example, the epitaxial wafer of this invention was produced by the approach of this invention as follows using above equipment. First, the metal Ga59 was contained in the quartz boat 58, and the Ath page (111) substrate 57 of GaAs was carried in the substrate holder 56 in a reaction chamber 54. Next, the whole inside of a chamber 54 is heated from the exterior at the resistance heating heater 55, and it is about a substrate 57 in a metal Ga59 more than 800 **. In the condition of having held at 500 degrees C, it is the 1st gas inlet 51 to hydrogen chloride gas (HCl). Partial pressure 6.4×10^{-4} atm From the 2nd gas inlet 52, they are 0.11 atm(s) about ammonia gas (NH₃) as a V group raw material. It introduced. Hydrogen gas was used as carrier gas. HCl gas was blown into the quartz boat 58, it reacted with the metal Ga59, GaCl was generated, and GaCl was carried to the lower stream of a river of a chamber 54. Membranes were formed on such conditions and the GaN buffer layer was formed. Supply of HCl gas was stopped in the place where the GaN buffer layer became 90nm in thickness, and growth of a buffer layer was stopped.

[0025] Next, it is the temperature of the substrate 57 with which the GaN buffer layer was formed in this way NH₃ It is by the resistance heating heater 55, passing. After carrying out a temperature up to 980 degrees C, supply of HCl gas was started again and the GaN epitaxial layer was grown up on the GaN buffer layer. HCl and NH₃ A partial pressure is each. 2.4×10^{-3} atm and 0.11 atm Membranes were formed by being the conditions to say. For substrate temperature, a GaAs substrate is NH₃ although at least about 1030 degrees C of membrane formation are possible. Since it reacts with gas and is damaged violently, 1000 degrees C or less are desirable.

[0026] It is supply of HCl when a GaN layer grows up into about 4 micrometers A stop and NH₃ It cools passing. In this way, the GaN epitaxial layer of the shape of a mirror plane with a thickness of 4 micrometers was formed on the buffer layer. According to SIMS analysis, unlike the thing of an example 1, the carbon impurity was below limit of detection. When the electrical property was searched for by Hall measurement, n mold carrier concentration 1×10^{18} (cm⁻³), electron mobility 250 (cm²/VS), and X-ray half-value width are about 5.2. It was a part.

[0027] Since the difference in the GaN epitaxial layer growth by the difference in example of comparison 1 buffer layer thickness was compared, after forming a 30nm buffer layer on the Ath page (111) substrate 1 of GaAs, the GaN epitaxial layer was formed. In addition, the growth conditions of buffer layers other than buffer layer thickness and an epitaxial layer were made into an example 1 and these conditions. Consequently, the GaN film on a GaAs substrate exfoliated completely.

[0028] Since the difference in the GaN epitaxial layer growth by the difference in example of comparison 2 growth rate was compared, the GaN epitaxial layer was formed by growth rate 3 micrometer/h. in order to change a growth rate by the input of TMG -- this example of a comparison -- raw materials TMG, HCl, and NH₃ a partial pressure -- respectively -- 4.8x10⁻⁴ -- atm, 4.8 x10⁻⁴atm, and 0.11atm it is . In addition, the growth conditions of buffer layers other than the raw material partial pressure at the time of epitaxial layer growth and an epitaxial layer were made into an example 1 and these conditions. Consequently, the GaN film on a GaAs substrate exfoliated completely.

[0029] Since the difference in the GaN epitaxial layer growth by the difference in example of comparison 3 growth temperature was compared, the GaN epitaxial layer was formed by growth temperature 800 **. In addition, the growth conditions of buffer layers other than the growth temperature of an epitaxial layer and an epitaxial layer were made into an example 1 and these conditions. Consequently, the GaN epitaxial layer 13 of the shape of a mirror plane with a thickness of 3 micrometers was formed on the buffer layer 12. hexagonal as a result of X diffraction measurement -- the peak of GaN is observed and the GaN epitaxial layer 13 is hexagonal -- consisting of GaN(s) was checked. When the electrical property was searched for by Hall measurement, they were n mold carrier concentration 1x10¹⁹ (cm⁻³) and electron mobility 100 (cm²/VS).

[0030]

[Effect of the Invention] According to [as explained above] this invention, it is a cubic semi-conductor (111). It becomes possible to manufacture the GaN epitaxial wafer of sufficient high quality for production of blue LED on a substrate. GaAs (111) etc. -- by using a substrate, isolation is easier than before and blue LED which can also form electric contact easily is obtained.

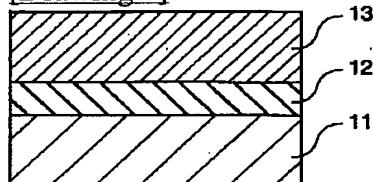
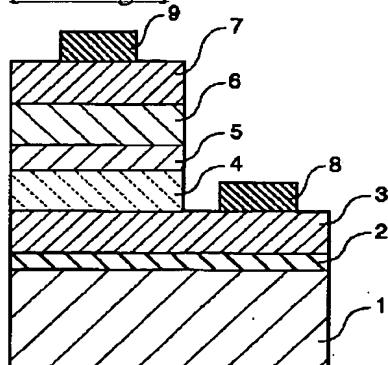
[Translation done.]

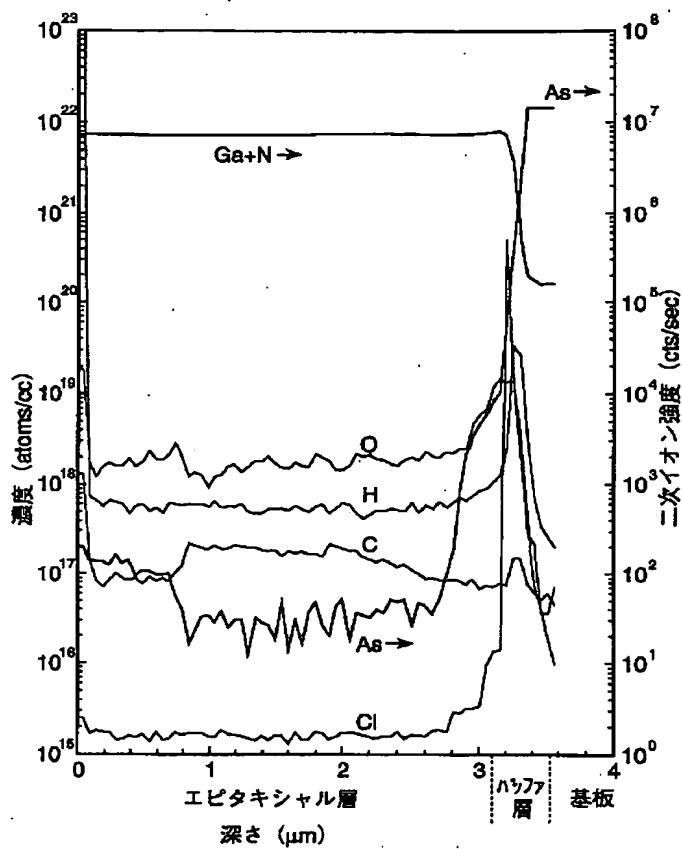
*** NOTICES ***

JPO and NCIP are not responsible for any
damages caused by the use of this translation.

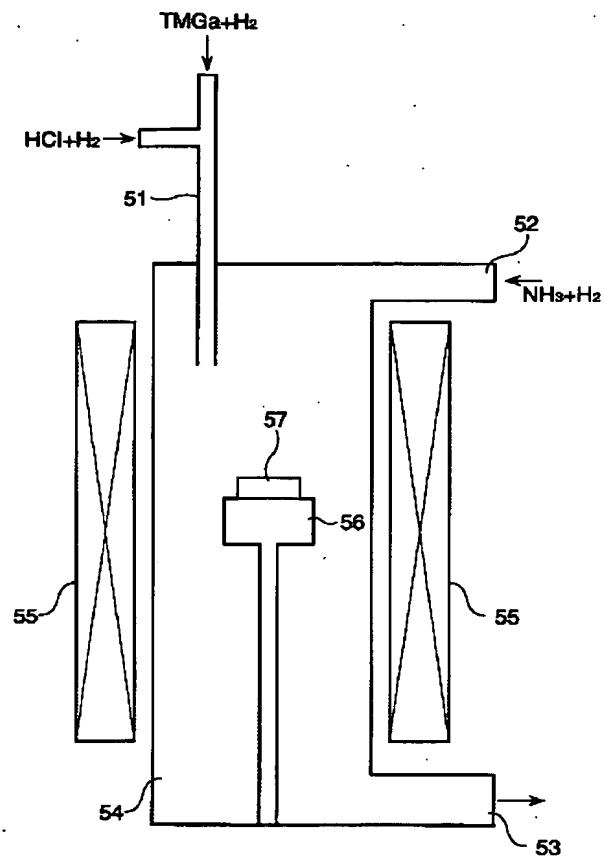
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Drawing 1]**[Drawing 6]****[Drawing 3]**



[Drawing 4]

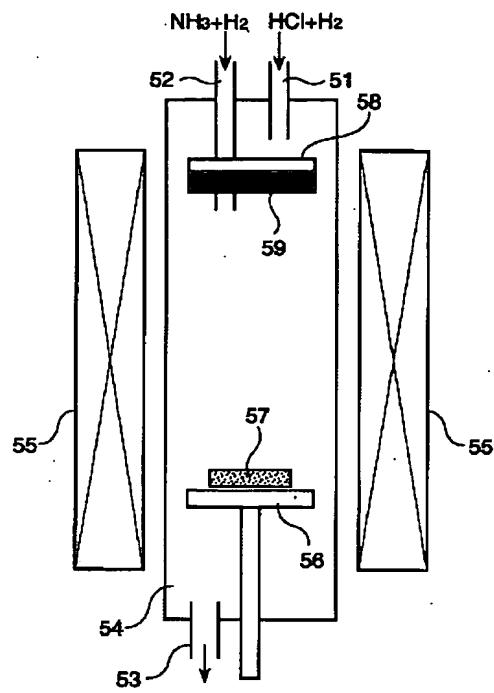


[Drawing 2]

図面代用写真



[Drawing 5]



[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-316498

(43)公開日 平成10年(1998)12月2日

(51)Int.Cl.⁶
C 30 B 29/38
29/42
H 01 L 21/20
33/00

識別記号

F I
C 30 B 29/38
29/42
H 01 L 21/20
33/00

D
C

審査請求 未請求 請求項の数12 FD (全8頁)

(21)出願番号 特願平10-78333
(22)出願日 平成10年(1998)3月11日
(31)優先権主張番号 特願平9-82319
(32)優先日 平9(1997)3月14日
(33)優先権主張国 日本 (JP)

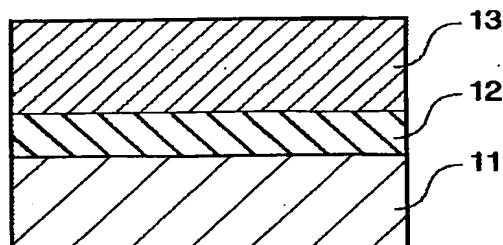
(71)出願人 000002130
住友電気工業株式会社
大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
(72)発明者 元木 健作
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内
(72)発明者 松島 政人
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内
(72)発明者 秋田 勝史
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内
(74)代理人 弁理士 越場 隆

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 エピタキシャルウェハおよびその製造方法

(57)【要約】

【課題】 立方晶半導体(111)基板上に形成されたGaN層を有するエピタキシャルウェハを提供する。
【解決手段】 立方晶半導体(111)基板と、前記基板上に形成された厚さが60nm以上の第1のGaN層と、第1のGaN層上に形成された厚さ 0.1μm以上の第2のGaN層とを備える。



1

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 立方晶半導体(111) 基板と、前記基板上に形成された厚さが60nm以上第1のGaN層と、第1のGaN層上に形成された厚さ0.1μm以上第2のGaN層とを備えることを特徴とするエピタキシャルウェハ。

【請求項2】 前記第1のGaN層の厚さが、200 nm以下であることを特徴とする請求項1に記載のエピタキシャルウェハ。

【請求項3】 前記第2のGaN層の厚さが、5 μm以下であることを特徴とする請求項1または2に記載のエピタキシャルウェハ。

【請求項4】 前記立方晶半導体(111) 基板が、GaAs(111) 基板であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載のエピタキシャルウェハ。

【請求項5】 前記GaAs(111) 基板が、GaAs(111) A面基板であることを特徴とする請求項4に記載のエピタキシャルウェハ。

【請求項6】 前記GaAs(111) 基板が、GaAs(111) B面基板であることを特徴とする請求項1に記載のエピタキシャルウェハ。

【請求項7】 Gaを含む有機金属およびHClを含む第1の原料ガスと、NH₃を含む第2の原料ガスを外部から加熱された反応管内に供給し、反応管内に設置された基板上に第1の温度でバッファ層を気相成長させる工程と、バッファ層を形成した基板の温度を前記第1の温度から上昇させてバッファ層の結晶性を向上させる工程と、前記第1および第2の原料ガスを前記第1の温度よりも高い第2の温度に加熱された反応管内に供給し、前記バッファ層上にGaN層を成長させる工程とを備えることを特徴とするエピタキシャルウェハの製造方法。

【請求項8】 HClを含む第1の原料ガスと、NH₃を含む第2の原料ガスを外部から加熱された反応管内に供給し、前記反応管内部に配置された容器内に収納された金属Gaと第1の原料ガスに含まれたHClとを反応させてGaClを生成させ、前記反応管内に設置された基板上に第1の温度でバッファ層を気相成長させる工程と、バッファ層を形成した前記基板の温度を前記第1の温度から上昇させてバッファ層の結晶性を向上させる工程と、前記第1および第2の原料ガスを前記第1の温度よりも高い第2の温度に加熱された反応管内に供給し、前記バッファ層上にGaN層を成長させる工程とを備えることを特徴とするエピタキシャルウェハの製造方法。

【請求項9】 前記第1の温度が、400 °C以上600 °C以下であることを特徴とする請求項7または8に記載の方法。

【請求項10】 前記第2の温度が、850°C以上1000°C以下であることを特徴とする請求項7～9のいずれか1項に記載の方法。

【請求項11】 前記バッファ層を形成した基板の温度を前記第1の温度から上昇させてバッファ層の結晶性を向

10

20

30

40

50

上させる工程において、NH₃を前記基板上に供給しながら基板の温度を上昇させることを特徴とする請求項7～10のいずれか1項に記載の方法。

【請求項12】 前記GaN層の成長速度が4 μm／時以上10 μm／時以下であることを特徴とする請求項7～11のいずれか1項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、III-V族化合物半導体のエピタキシャルウェハおよびその製造方法に関する。より詳細には、GaN系化合物半導体の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】図6に、現在市販されているサファイア基板を用いたGaN系の青色および緑色の半導体発光素子(LED)の断面図を示す。図6のLEDは、サファイア基板1と、基板1上に形成されたGaNバッファ層2と、GaNバッファ層2上に形成された六方晶のGaNエピタキシャル層3とで構成されたエピタキシャルウェハ上に、第1のクラッド層4、発光層5、第2のクラッド層6およびGaNエピタキシャル層7が順に積層されGaNエピタキシャル層3および7上にオーミック電極8および9がそれぞれ配置されている。図6のLEDにおいては、GaNバッファ層2は、サファイア基板1とGaNエピタキシャル層3との格子定数の差による歪を緩和するために設けられている。

【0003】図6のLEDは、絶縁性のサファイアを基板1に用いているので、電極を形成して素子を作製する際に、2種の電極を基板の同一面側に形成する必要がある。このため、フォトリソグラフィによるパターニングが2回以上必要である。また、反応性イオンエッティングによる塗化物のエッティングを行う必要もあるので生産工程が複雑になる。さらに、サファイアは硬度が高いので、素子分離の際に取り扱いにくいという問題もあった。

【0004】そこで、このような欠点を有するサファイアに代えて、導電性のGaAsを基板として使用するという試みがなされている。たとえばJournal of Crystal Growth 164 (1996) 149-153 (以下文献1) では、GaAs(100)面上に立方晶のGaNを成長させている。しかしながら、一般にGaAs(100)面上に成長させた立方晶GaNは、文献1に示されている透過型電子顕微鏡写真にるように、積層欠陥が非常に多く、品質が悪いものとなる。これは立方晶GaNは六方晶GaNに比べ、不安定であることが原因と考えられている。

【0005】一方、GaAs(111)面上に、より安定な六方晶GaNを成長させるという試みもなされている。たとえばJournal of Electronic Materials vol.24 No.4 (1995) 213-218 (以下文献2) ではMOVPE法によるGaAs(111) A面上、GaAs(111) B面上へのGaNの成長が報告

されている。しかしながら、青色LEDの作製に十分な特性を持つGaNの成長には至っていない。これは、前述のサファイア基板上の半導体発光素子のエピタキシャル層がMOVPE法によって1000°C以上の成長温度で成長されたものであるのに対し、文献2のGaNエピタキシャル層の成長温度は最高でも800°Cと低いことが原因として挙げられる。文献2のGaNエピタキシャル層の成長温度が低いのは、GaAs基板を加熱すると、約600°Cで蒸気圧の高い砒素が抜けたためである。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上述のように、従来GaAs(111)基板上へ六方晶GaN膜をエピタキシャル成長させる場合、GaAs基板の熱による損傷を避けるため、基板温度を850°C程度までしか上げられなかった。その結果、従来の有機金属クロライド気相エピタキシャル法で得られる六方晶GaNエピタキシャル膜は、ノンドープのGaNのキャリア濃度が 1×10^{19} (cm⁻³)と高く、青色LEDの作製に十分な電気特性ではなかった。

【0007】そこで本発明の目的は、上記従来技術の問題点を解決し、GaAs半導体基板上に形成された、青色LEDの作製に十分な電気特性を持つGaNエピタキシャルウェハ及びその製造方法を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明に従うと、立方晶半導体(111)基板と、前記基板上に形成された厚さが60 nm以上の第1のGaN層と、第1のGaN層上に形成された厚さ0.1 μm以上の第2のGaN層とを備えることを特徴とするエピタキシャルウェハが提供される。本発明のエピタキシャルウェハにおいては、第1のGaN層の厚さが、200 nm以下であることが好ましく、第2のGaN層の厚さが、5 μm以下であることが好ましい。

【0009】また、本発明のエピタキシャルウェハでは、立方晶半導体(111)基板が、GaAs(111)基板であることが好ましい。GaAs(111)基板が、GaAs(111)A面基板である場合には、砒素が抜けにくい点が有利であり、GaAs(111)基板が、GaAs(111)B面基板である場合には、表面を研磨仕上げし易い点が好ましい。

【0010】一方、本発明においては、Gaを含む有機金属およびHClを含む第1の原料ガスと、NH₃を含む第2の原料ガスを外部から加熱された反応管内に供給し、反応管内に設置された基板上に第1の温度でバッファ層を気相成長させる工程と、バッファ層を形成した基板の温度を前記第1の温度から上昇させてバッファ層の結晶性を向上させる工程と、前記第1および第2の原料ガスを前記第1の温度よりも高い第2の温度に加熱された反応管内に供給し、前記バッファ層上にGaN層を成長させる工程とを備えることを特徴とするエピタキシャルウェハの製造方法が提供される。前記第1の温度は、400°C以上600°C以下であることが好ましく、前記第2の温度は850°C以上1000°C以下であることが好ましい。

【0011】また、バッファ層を形成した基板の温度を第1の温度から上昇させてバッファ層の結晶性を向上させる工程において、NH₃を前記基板上に供給しながら基板の温度を上昇させることも好ましい。一方、前記GaN層の成長速度が4 μm/時以上10 μm/時以下であることが好ましい。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明のエピタキシャルウェハは立方晶半導体(111)基板上に形成された、厚さが60 nm以上の第1のGaN層を備える。この第1のGaN層は、400～600°Cの低温で形成されたアモルファスのものが、その後昇温することにより結晶性となつたものである。従って、積層欠陥が多く、また、塩素、水素、酸素などの不純物濃度が高くなっている。また、この第1のGaN層は、その後の高温の成膜工程において半導体基板を保護することを主な目的とする。そのため、半導体基板を傷めない400～600°Cの低温で成長させなければならず、60 nm以上の厚さであることが必要である。一方、この第1のGaN層は、低温で成長させるので成長速度が遅い。従って、200 nm以上の厚さに形成することは製造効率の点から不利であり、また、それ以上の厚さに形成しても半導体基板保護の機能はさして向上しない。

【0013】一方、本発明のエピタキシャルウェハは、第1のGaN層上に形成された厚さ0.1 μm以上の第2のGaN層とを備える。この第2のGaN層は、いわゆるエピタキシャル層であり、厚さが5 μm以下であることが好ましい。第2のGaN層の厚さが5 μmを超えると、応力によりGaN膜にクラックが生じる。

【0014】本発明の方法では、Gaを含む有機金属およびHClを含む第1の原料ガスと、NH₃を含む第2の原料ガスを外部から加熱された反応管内に供給し、反応管内に設置された基板上に低い第1の温度でバッファ層を気相成長させる。このバッファ層は、前述のように半導体基板の保護のために形成するもので、半導体基板を傷めない400～600°Cの低温で形成する。また、このバッファ層は、成膜直後はアモルファスであるが、その後の昇温工程により結晶性のものとなる。しかしながら、後にこのバッファ層上に形成されるエピタキシャル層と比較すると、積層欠陥が非常に多いことで区別が可能である。従って、本発明の方法に従えば、従来使用が難しかったGaAs基板も使用可能である。尚、バッファ層の昇温工程では、NH₃を基板上に供給する事が好ましい。これによりGaNバッファ層が昇温中に蒸発、昇華することを防ぐことができる。

【0015】このバッファ層で保護された半導体基板上に、今度はGaNのエピタキシャル成長に適した高温でGaN層を形成する。この成長温度は、850°C以上1000°C以下が好ましい。GaN層は、最終的に作製する素子に必要な厚さだけ成長させるが、0.1 μm未満では薄すぎ、5 μmを越えるとクラックの発生の危険がある。

【0016】また、上記のGaN層の成長速度は、 $4\text{ }\mu\text{m}/\text{時}$ 以上 $10\text{ }\mu\text{m}/\text{時}$ 以下であることが好ましい。成長速度が $4\text{ }\mu\text{m}/\text{時}$ 未満であると基板が熱による損傷を受けGaNエピタキシャル膜が剥離することがある。また成長速度が $10\text{ }\mu\text{m}/\text{時}$ を超えるとGaNエピタキシャル膜の結晶性が悪化し、青色LEDの作製に十分な電気特性を持つGaNを得ることができない。

【0017】さらに、本発明では、HClを含む第1の原料ガスと、NH₃を含む第2の原料ガスを外部から加熱された反応管内に供給し、前記反応管内部に配置された容器内に収納された金属Gaと第1の原料ガスに含まれたHClとを反応させてGaClを生成させ、前記反応管内に設置された基板上に第1の温度でバッファ層を気相成長させる工程と、バッファ層を形成した前記基板の温度を前記第1の温度から上昇させてバッファ層の結晶性を向上させる工程と、前記第1および第2の原料ガスを前記第1の温度よりも高い第2の温度に加熱された反応管内に供給し、前記バッファ層上にGaN層を成長させる工程とを備えることを特徴とするエピタキシャルウェハの製造方法が提供される。本発明のこの方法は、いわゆるハイドライド気相エピタキシ(Hydride Vapor Phase Epitaxy; HVPE)と呼ばれる方法である。本発明のこの方法においては、金属Gaは例えば石英ポートに収容し、常に $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上に保たれることが好ましい。また、HClを含む第1の原料ガスを金属Gaが収容された石英ポートに吹き込み、GaClを生成することが好ましい。

【0018】

【実施例】

実施例1

図4は、本発明の方法で本発明のエピタキシャルウェハを製造するのに使用可能な気相成長装置の概略構成を示す図である。図4の装置は、第1のガス導入口51、第2のガス導入口52および排気口53を有する石英の反応チャンバー54と、この反応チャンバー54の外部からチャンバー内全体を加熱するための抵抗加熱ヒーター55とを備える。また、反応チャンバー54内には、基板ホルダ56が設けられ、基板57がその上に搭載される。

【0019】上記の装置を用いて、以下のように本発明の方法で本発明のエピタキシャルウェハを作製した。まず、反応チャンバー54内の基板ホルダ56にGaAs(111) A面基板57を搭載した。次に、抵抗加熱ヒーター55により外部からチャンバー54内全体を加熱して、基板57を $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ に保持した状態で、第1のガス導入口51からTMGを分圧 $6.4 \times 10^{-4}\text{ atm}$ で、塩化水素を分圧 $6.4 \times 10^{-4}\text{ atm}$ で導入し、第2のガス導入口52からはV族原料としてアンモニアガス(NH₃)を 0.11 atm で導入した。キャリアガスとしては水素ガスを用いた。このような条件で、30分間成膜を行い、厚さ 100 nm のGaNバッファ層を形成した。

【0020】次に、このようにGaNバッファ層が形成された基板57の温度を、NH₃の分圧 0.11 atm という雰囲

気で、抵抗加熱ヒーター55により $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ まで昇温した後、TMG、HCl、NH₃の分圧をそれぞれ $2.4 \times 10^{-3}\text{ atm}$ 、 $2.4 \times 10^{-3}\text{ atm}$ 、 0.11 atm という条件で、30分間成膜を行った。

【0021】その結果、バッファ層上に、厚さ $3\text{ }\mu\text{m}$ の鏡面状のGaNエピタキシャル層が形成された。成長速度は $6\text{ }\mu\text{m}/\text{時}$ であった。得られたエピタキシャルウェハの断面図を図1に示す。図1のエピタキシャルウェハは、GaAs(111) A面基板11上に不純物濃度が高い第1のGaN層12と、その上に積層された第2のGaN層13を備える。X線回折測定の結果、六方晶GaNのピークが観測され、第2のGaN層13は六方晶GaNで構成されていることが確認された。電気特性をHall測定により求めたところn型キャリア濃度 $1 \times 10^{17} (\text{cm}^{-3})$ 、電子移動度 $500(\text{cm}^2/\text{Vs})$ であった。

【0022】図2に、得られたエピタキシャルウェハの断面の透過型電子顕微鏡写真を示す。図2の下から $1/4$ ほどの横線が多い部分がバッファ層だった部分であり、この横線は積層欠陥を示す。すなわち、バッファ層であった部分は、エピタキシャルウェハ完成後も積層欠陥が多く、容易に区別が可能である。また、図3に得られたエピタキシャルウェハの二次イオン質量分析(SIMS)の結果を示す。図3からわかるよう、本発明のエピタキシャルウェハのバッファ層であった部分は水素、酸素、塩素等の不純物濃度が高くなっている。これは、バッファ層を低温で成長させたためである。不純物濃度は、塩素が $5 \times 10^{21}/\text{cm}^3$ 、水素が $4 \times 10^{19}/\text{cm}^3$ 、酸素が $1.5 \times 10^{19}/\text{cm}^3$ に達することもある。上記の実施例では、GaAs(111) A面基板を使用したが、GaAs(111) B面基板を使用して同様な条件でエピタキシャルウェハを作製した場合でも、やや膜剥がれが発生しやすい傾向があるもののほぼ同等の特性のGaN層が得られた。

【0023】実施例2
図5に、本発明の方法で本発明のエピタキシャルウェハを製造するのに使用可能なハイドライド気相エピタキシ装置の概略構成を示す。図5の装置は、第1のガス導入口51、第2のガス導入口52および排気口53を有する石英の反応チャンバー54と、この反応チャンバー54の外部からチャンバー内全体を加熱するための抵抗加熱ヒーター55とを備える。反応チャンバー54内の上部には、金属Ga59を収納した石英ポート58が、第1のガス導入口51から導入された原料ガスが石英ポート58内に吹き込まれるよう配置されている。さらに反応チャンバー54内には、基板ホルダ56が設けられ、基板57がその上に搭載される。

【0024】本実施例では、上記の装置を用いて、以下のように本発明の方法で本発明のエピタキシャルウェハを作製した。まず、石英ポート58内に金属Ga59を収納し、反応チャンバー54内の基板ホルダ56にGaAs(111) A面基板57を搭載した。次に、抵抗加熱ヒーター55により外部からチャンバー54内全体を加熱して、金属Ga59を $800\text{ }^{\circ}\text{C}$

以上に基板57を500°Cに保持した状態で、第1のガス導入口51から塩化水素ガス(HCl)を分圧 6.4×10^{-4} atmで、第2のガス導入口52からはV族原料としてアンモニアガス(NH₃)を0.11atmで導入した。キャリアガスとしては水素ガスを用いた。HClガスは石英ポート58内に吹き込まれ、金属Ga59と反応してGaClを生成し、GaClはチャンバ54の下流に運ばれた。このような条件で成膜を行い、GaNバッファ層を形成した。GaNバッファ層が厚さ90nmになったところでHClガスの供給を止めてバッファ層の成長を停止した。

【0025】次に、このようにGaNバッファ層が形成された基板57の温度を、NH₃を流したまで、抵抗加熱ヒーター55により980°Cまで昇温した後、再度HClガスの供給を開始し、GaNバッファ層上にGaNエピタキシャル層を成長させた。HCl、NH₃の分圧はそれぞれ 2.4×10^{-3} atm、0.11atmという条件で、成膜を行った。基板温度は1030°C程度でも成膜は可能であるが、GaAs基板がNH₃ガスと反応して激しく損傷するので、1000°C以下が好ましい。

【0026】GaN層が約4μmに成長したら、HClの供給を止め、NH₃を流したまで冷却する。こうして、バッファ層上に、厚さ4μmの鏡面状のGaNエピタキシャル層が形成された。SIMS分析によると実施例1のものとは異なり炭素不純物は検出限界以下であった。電気特性をHall測定により求めたところn型キャリア濃度 1×10^{18} (cm⁻³)、電子移動度250(cm²/Vs)、X線半値幅は約5.2分であった。

【0027】比較例1

バッファ層の厚さの違いによるGaNエピタキシャル層成長の差異を比べるために、GaAs(111)A面基板1の上に30nmのバッファ層を成膜した後に、GaNエピタキシャル層を成膜した。なお、バッファ層の厚さ以外のバッファ層、エピタキシャル層の成長条件は実施例1と同条件とした。その結果、GaAs基板上のGaN膜は完全に剥離した。

【0028】比較例2

成長速度の違いによるGaNエピタキシャル層成長の差異を比べるために、GaNエピタキシャル層を成長速度3μm/hで成膜した。成長速度はTMGの投入量により変更するため、本比較例では、原料TMG、HCl、NH₃の分圧はそれぞれ 4.8×10^{-4} atm、 4.8×10^{-4} atm、0.11atmである。なお、エピタキシャル層成長時の原料分圧以外のバッファ層、エピタキシャル層の成長条件は実施例1と同条件とした。その結果、GaAs基板上のGaN膜は完全に剥離した。

【0029】比較例3

成長温度の違いによるGaNエピタキシャル層成長の差異を比べるために、GaNエピタキシャル層を成長温度800°Cで成膜した。なお、エピタキシャル層の成長温度以外のバッファ層、エピタキシャル層の成長条件は実施例1と

同条件とした。その結果、バッファ層12上に、厚さ3μmの鏡面状のGaNエピタキシャル層13が形成された。X線回折測定の結果、六方晶GaNのピークが観測され、GaNエピタキシャル層13は六方晶GaNで構成されていることが確認された。電気特性をHall測定により求めたところn型キャリア濃度 1×10^{19} (cm⁻³)、電子移動度100(cm²/Vs)であった。

【0030】

【発明の効果】以上説明したように、この発明によれば、立方晶半導体(111)基板上に青色LEDの作製に十分な高品質のGaNエピタキシャルウェハを製造することが可能になる。GaAs(111)等の基板を使用することにより、従来よりも素子分離が容易で、電気的コンタクトも容易に形成できる青色LEDが得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の化合物半導体エピタキシャルウェハの一例の断面構造を示す断面図である。

【図2】本発明の化合物半導体エピタキシャルウェハの断面の電子顕微鏡写真である。

【図3】本発明の化合物半導体エピタキシャルウェハの二次イオン質量分析結果を示すグラフである。

【図4】本発明の方法で、本発明のエピタキシャルウェハを作製するのに使用可能な気相成長装置の概略構成を示す図である。

【図5】本発明の方法で、本発明のエピタキシャルウェハを作製するのに使用可能なハイドライド気相エピタキシ装置の概略構成を示す図である。

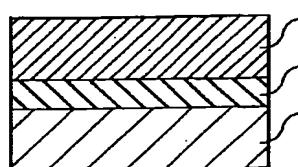
【図6】従来の青色発光素子の構成を示す断面図である。

【符号の説明】

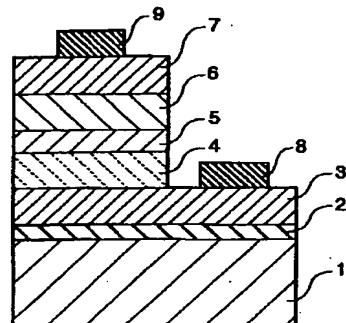
- 1 サファイア基板
- 2 GaNバッファ層
- 3 GaNエピタキシャル層
- 4 クラッド層
- 5 発光層
- 6 クラッド層
- 7 コンタクト層
- 8 オーミック電極
- 9 オーミック電極
- 11 GaAs基板
- 12 第1のGaN層
- 13 GaNエピタキシャル層
- 51 第1のガス導入口
- 52 第2のガス導入口
- 53 排気口
- 54 反応チャンバ
- 55 抵抗加熱ヒータ
- 56 サセプタ
- 57 基板
- 58 石英ポート

59 金属Ga

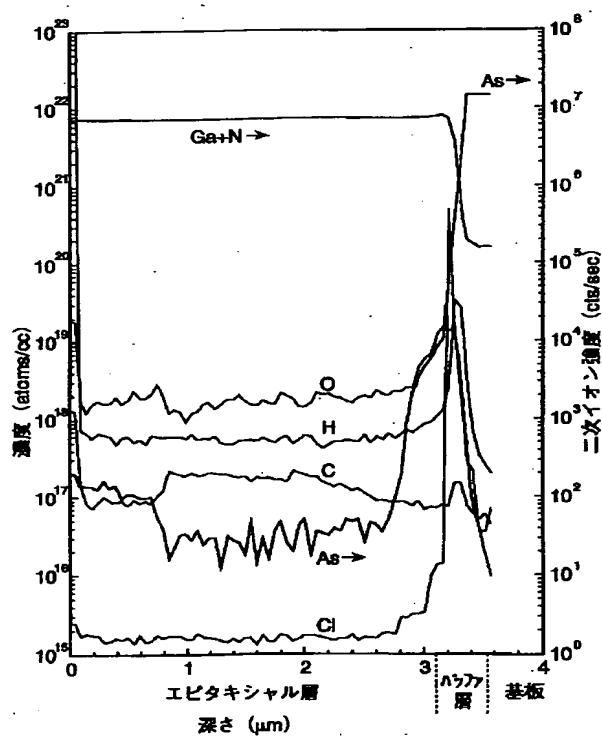
【図1】



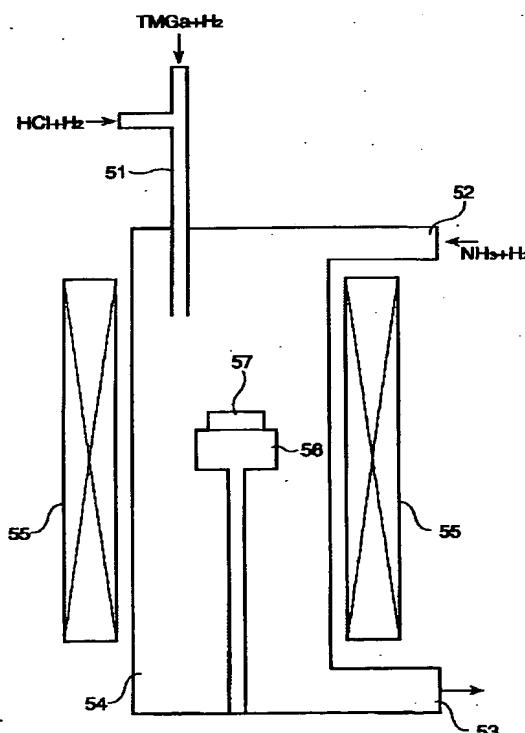
【図6】



【図3】



【図4】

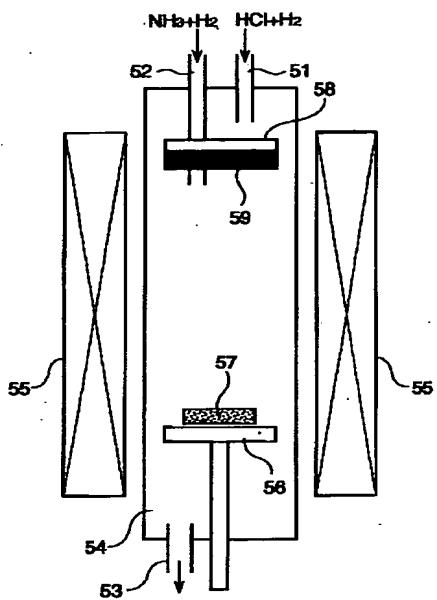


【図2】

図面代用写真



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 鳴津 充
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72)発明者 竹本 菊郎
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72)発明者 関 勲
東京都八王子市南陽台3丁目21番12号

(72)発明者 織穂 明伯
東京都府中市幸町2丁目41番13号

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.